

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2001-345280

(43)Date of publication of application : 14.12.2001

(51)Int.Cl.

H01L 21/205  
H01L 21/3065  
H01L 21/31

(21)Application number : 2001-088652

(71)Applicant : MATSUMURA HIDEKI  
ANELVA CORP

(22)Date of filing : 26.03.2001

(72)Inventor : MATSUMURA HIDEKI  
MASUDA ATSUSHI  
ISHIBASHI KEIJI  
HONDA NAMIKO

(30)Priority

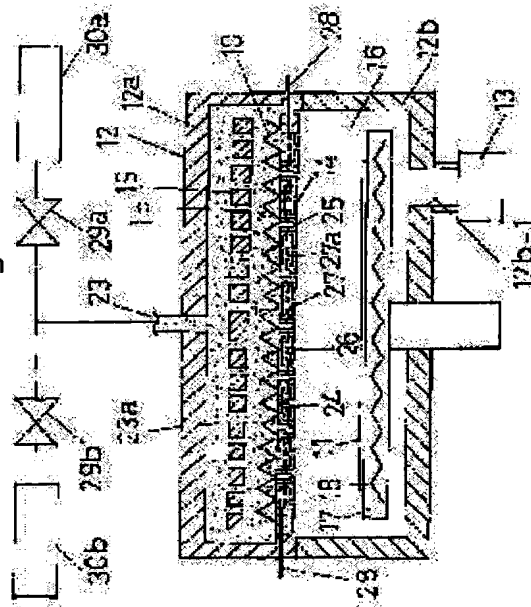
Priority number : 2000087975 Priority date : 28.03.2000 Priority country : JP

## (54) METHOD OF CHEMICAL VAPOR DEPOSITION AND CHEMICAL VAPOR DEPOSITION APPARATUS

(57)Abstract:

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To provide a chemical vapor deposition apparatus and a method of chemical vapor deposition in which reproducibility and mass production efficiency are improved by preventing deterioration of a heating element caused by raw-material gases to stabilize deposition environment in a CVD apparatus in which a film is formed on a substrate by generating active species of introduced gases introduced into a vacuum vessel by the heating element.

**SOLUTION:** Inside of the vacuum vessel is separated by a barrier into an active-species generating space and a deposition processing space. The material gases fed to the active-species generating space are decomposed and activated by the heating element arranged in the active-species generating space, and the activated species are introduced into the deposition processing space specifically through piercing holes formed in the barrier. The raw-material gases are fed to a barrier inner space which is formed in the barrier and which is separated from the active-species generating space. The inner space is spatially connected to the deposition processing space via a plurality of diffusion holes, and the raw-material gases are introduced into the deposition processing space via the diffusion holes. In the deposition processing space, a chemical reaction between the material gases and the active species generated by decomposition and activation by the heating element takes place to deposit a film on the substrate. In such a way, the chemical vapor deposition apparatus and the method of chemical vapor deposition achieve the goals.



(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号  
特開2001-345280  
(P2001-345280A)

(43) 公開日 平成13年12月14日 (2001. 12. 14)

| (51)Int.Cl. <sup>7</sup> | 識別記号    | F I     | テームコード* (参考) |
|--------------------------|---------|---------|--------------|
| H O 1 L                  | 21/205  | H O 1 L | 5 F 0 0 4    |
|                          | 21/3065 |         | B 5 F 0 4 5  |
|                          | 21/31   |         | N            |

審査請求 未請求 請求項の数 6 O L (全 9 頁)

(21) 出願番号 特願2001-88652(P2001-88652)  
(22) 出願日 平成13年 3 月26日 (2001. 3. 26)  
(31) 優先権主張番号 特願2000-87975(P2000-87975)  
(32) 優先日 平成12年 3 月28日 (2000. 3. 28)  
(33) 優先権主張国 日本 (J P)

(71) 出願人 598125626  
松村 英樹  
石川県金沢市南四十万 3 丁目93番地  
(71) 出願人 000227294  
アネルパ株式会社  
東京都府中市四谷 5 丁目 8 番 1 号  
(72) 発明者 松村 英樹  
石川県金沢市南四十万 3 - 93  
(72) 発明者 増田 淳  
石川県金沢市馬替 2 - 56 - 1  
(74) 代理人 100059281  
弁理士 鈴木 正次

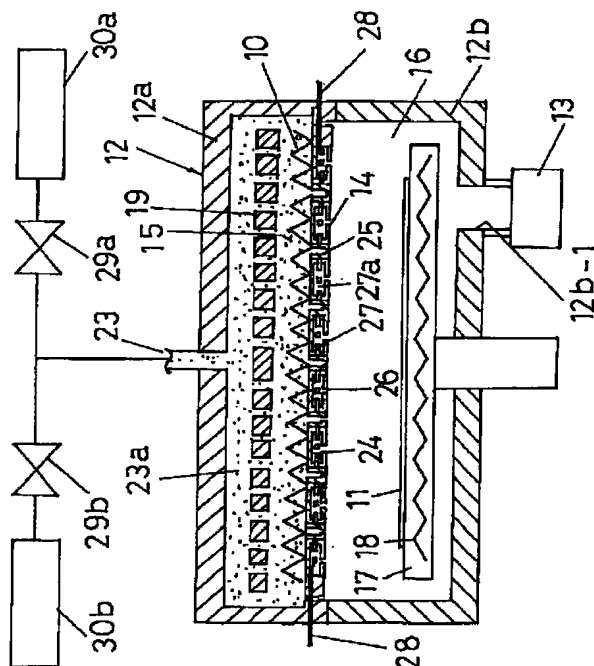
最終頁に続く

#### (54) 【発明の名称】 化学蒸着方法及び化学蒸着装置

##### (57) 【要約】

【課題】 真空容器内に導入された導入ガスの活性種を発熱体により発生させて基板に成膜を行う C V D 装置において、原料ガスによる発熱体の劣化を防止し、成膜環境を安定化させることで、再現性、及び量産性が向上された化学蒸着装置及び化学蒸着方法を提供する。

【解決手段】 真空容器の内部を隔壁部によって活性種生成空間と成膜処理空間とに隔離し、活性種生成空間に供給された材料ガスが、活性種生成空間内に配置されている発熱体によって分解活性化され、前記隔壁部に形成されている貫通孔のみを介して前記成膜処理空間に導入される一方、原料ガスが、隔壁部内に形成されていて前記活性種生成空間から隔離されかつ前記成膜処理空間と複数の拡散孔を介して通じている隔壁部の内部空間に供給され、前記拡散孔を介して前記成膜処理空間に導入され、前記成膜処理空間において、前記原料ガスと前記発熱体による分解活性化によって発生した活性種との化学反応により基板上への成膜が行われる化学蒸着装置及び化学蒸着方法によって課題を解決した。



## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 真空容器内に導入された導入ガスを発熱体により分解活性化させて基板に成膜を行う化学蒸着方法において、

複数の貫通孔を有する隔壁部によって内部が二室に隔離され、当該隔壁部は、前記活性種生成空間と前記成膜処理空間とを通じさせる複数の貫通孔を備え、

前記活性種生成空間で分解活性化されて発生した活性種を含む材料ガスが前記複数の貫通孔を介して前記成膜処理空間に導入されると共に、

前記成膜処理空間に原料ガスを導入し、前記成膜処理空間において、前記活性種と前記原料ガスとの化学反応により基板上に成膜を行う化学蒸着方法。

【請求項2】 成膜処理空間への原料ガスの導入は、前記隔壁部の内部に形成されている前記活性種生成空間から隔離され、かつ前記成膜処理空間と複数の拡散孔を介して通じている内部空間内に原料ガスを供給し、当該隔壁部の内部空間と複数の拡散孔を介して成膜処理空間へ導入するものであることを特徴とする請求項1記載の化学蒸着方法。

【請求項3】 前記活性種と前記原料ガスとの化学反応により基板上に成膜を行う成膜工程を中断した際に、前記活性種生成空間に、水素、三フッ化窒素、フッ素、塩素、四フッ化メタン、六フッ化エタン、八フッ化プロパン、四塩化炭素、五フッ化塩化エタン、三フッ化塩素、三フッ化塩化メタン又は六フッ化硫黄のいずれか、又は少なくとも一種を含む混合ガスが導入されて、前記発熱体によって分解活性化され、

当該分解活性化によって発生した活性種が前記隔壁部の複数の貫通孔を介して成膜処理空間に導入され、前記成膜処理空間の壁面や、成膜処理空間内の部材表面に付着していた膜の除去が行われた後、前記活性種と前記原料ガスとの化学反応により基板上に成膜を行う成膜工程が再開されることを特徴とする請求項1又は2記載の化学蒸着方法。

【請求項4】 真空容器内に導入された導入ガスを発熱体により分解活性化させて基板に成膜を行う化学蒸着装置において、

真空容器に対して材料ガスを供給する材料ガス供給系と、原料ガスを供給する原料ガス供給系とが互いに独立して備えられており、

前記真空容器は、隔壁部によって、前記材料ガス供給系が接続されていて、内部に材料ガスを分解活性化するための発熱体が配置されている活性種生成空間と、前記原料ガス供給系が接続されていて、内部に成膜すべき基板

を搭載する基板保持機構が配置された成膜処理空間との二室に隔離され、

当該隔壁部は、前記活性種生成空間と前記成膜処理空間とを通じさせる複数の貫通孔を備え、

前記活性種生成空間で分解活性化されて発生した活性種を含む材料ガスが前記複数の貫通孔を介して前記成膜処理空間に導入されると共に、原料ガスが前記原料ガス供給系から前記成膜処理空間に導入され、当該原料ガスと前記活性種との化学反応によって成膜が行われることを特徴とする化学蒸着装置。

【請求項5】 隔壁部は、前記活性種生成空間から隔離されかつ前記成膜処理空間と複数の拡散孔を介して通じている内部空間を有し、前記原料ガス供給系は、当該隔壁部の内部空間及び複数の拡散孔を介して前記成膜処理空間に接続されていることを特徴とする請求項3記載の化学蒸着装置。

【請求項6】 真空容器の活性種生成空間には、更に、水素、三フッ化窒素、フッ素、塩素、四フッ化メタン、六フッ化エタン、八フッ化プロパン、四塩化炭素、五フッ化塩化エタン、三フッ化塩素、三フッ化塩化メタン又は六フッ化硫黄のいずれか、又は少なくとも一種を含む混合ガスの供給系が接続されていることを特徴とする請求項4又は5記載の化学蒸着装置。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、化学蒸着方法及び装置に関し、特に、導入ガスの少なくとも一部を分解活性化するための発熱体を有する化学蒸着装置及びこのような装置による化学蒸着方法に関するものである。

## 【0002】

【従来の技術】LSI（大規模集積回路）を始めとする各種半導体デバイスやLCD（液晶ディスプレイ）等の製作においては、各種基板上に所定の薄膜を生成するプロセスが存在する。このうち、所定の組成の薄膜を比較的容易に作製できることから、従来から化学蒸着（Chemical Vapor Deposition（本明細書において「CVD」と表すことがある））法による成膜が広く用いられている。

【0003】その中で、プラズマを使用しない方法として、例えば、タングステン線を発熱体として1600～1700℃程度に加熱させ、例えば、シラン（SiH<sub>4</sub>）及びアンモニア（NH<sub>3</sub>）を原料ガスとして供給し、分解活性化させて、基板上に窒化シリコン膜を堆積させる手法（触媒CVD（Cat CVD）、または、Hot Wire CVD）がある（図3）。

【0004】図3に示す成膜装置は触媒CVDに用いられる従来型のものである。この装置は、内部を真空に保持できる真空容器12と、真空容器12内に所定の原料ガスを供給する原料ガス導入パイプ28と、供給された原料ガスを分解活性化させるために真空容器12に配置

された発熱体 10 と、発熱体 10 の作用によって所定の薄膜が堆積する位置にガラス基板 11 を保持する基板保持機構 17 から主に構成されている。原料ガス導入パイプ 28 は、真空容器 12 内に設けたガス拡散器 19 を介して原料ガス 21 を供給するようになっている。ガス拡散器 19 は、ガラス基板 11 に平行に対向した面に原料ガスを放出する拡散孔 26 を多数均等に有している。放出された原料ガス 21 は、約 2000℃ の高温に加熱された発熱体 10 を通過することで活性種 22 に変わり、ガラス基板 11 に達し、その表面上に所定の薄膜を形成する。

【0005】発熱体 10 としては、前述したように、例えば、タングステン線が使用される。線の形状は、特に要求されるものではないが、コイル状になっている。

尚、基板保持機構 17 内にガラス基板の加熱用にヒータ 18 が設けられており、所定の温度に維持されている。

【0006】

【発明が解決しようとする課題】 前述した従来型の触媒 CVD (Cat CVD) を用いて所定の成膜条件により、シリコン膜やシリコン窒化膜を形成した場合、発熱体に使用されている高融点金属、例えば、前述のタングステン線などがシランガスと反応してしまい、シリコン化合物を生成してしまうことがある（シリサイド化）。このような発熱体のシリサイド化は、発熱する部分に比べ、やや温度が低い発熱体の支持部から進行し、これによって、発熱体の組成及び径が変化してしまうことで抵抗値が下がり、その結果、発熱量が減少し、最終的には発熱体全体の劣化が引き起こされる。

【0007】また、触媒 CVD (Cat CVD) で酸化膜を作製しようとする場合、発熱体に用いられる高融点金属自身が酸素と反応してしまうため、発熱体の劣化を招き、酸化膜の作製は困難であった。

【0008】

【発明の目的】 本発明の目的は、真空容器内で発熱体により導入ガスを分解活性化させて基板に成膜を行う化学蒸着方法及び装置において、原料ガスによる発熱体の劣化を防止し、成膜環境を安定化させることで、再現性、及び量産性が向上された化学蒸着方法及び装置を提供することにある。

【0009】また、ゴミの発生源となる真空容器内の付着物を、真空容器を大気に曝すことなく除去可能とし、より成膜環境を安定化させ、再現性、及び量産性が向上された化学蒸着方法及び装置を提供することにある。

【0010】

【課題を解決するための手段】 本発明に係る CVD 装置は、真空容器内で発熱体により導入ガスを分解活性化させて基板に成膜を行う CVD 装置であって、上記目的を達成するため次のように構成されている。

【0011】 本発明の CVD 装置は、その真空容器に対して材料ガスを供給する材料ガス供給系と、原料ガスを

供給する原料ガス供給系とが互いに独立して備えられており、前記真空容器は、隔壁部によって、前記材料ガス供給系が接続されていて、内部に材料ガスを分解活性化するための発熱体が配置されている活性種生成空間と、前記原料ガス供給系が接続されていて、内部に成膜すべき基板を搭載する基板保持機構が配置された成膜処理空間との二室に隔離されている。そして、前記のように真空容器内部を活性種生成空間と成膜処理空間とに隔離する隔壁部は、当該活性種生成空間と成膜処理空間とを通じさせる複数の貫通孔を備えているものである。

【0012】 前記本発明の CVD 装置においては、前記活性種生成空間で分解活性化され発生した活性種を含む材料ガスが前記複数の貫通孔を介して前記成膜処理空間に導入されると共に、原料ガスが前記原料ガス供給系から前記成膜処理空間に導入され、成膜処理空間において材料ガスの活性種が活性化された状態から基底状態に戻る際のエネルギーによって原料ガスの分解が行われ、基板保持機構に搭載されている基板に成膜が行われるのである。

【0013】 ここで材料ガスとしては、主に、水素、窒素、あるいはアンモニアや、ヘリウム、アルゴン、クリプトン、キセノンなどの希ガス及び、これらの混合ガスが用いられ、原料ガスとしては、シリコン膜を成膜する場合、シラン (SiH<sub>4</sub>) ガスが一般的に用いられる。

【0014】 なお、前記本発明の CVD 装置において、真空容器内部を活性種生成空間と成膜処理空間とに隔離する前記隔壁部は、活性種生成空間から隔離されかつ成膜処理空間と複数の拡散孔を介して通じている内部空間を有しており、成膜処理空間への原料ガス供給系の接続は、当該隔壁部の内部空間及び複数の拡散孔を介して行われる構成にすることができる。これによって原料ガスは隔壁部の内部空間に直接供給され、隔壁部の内部空間と複数の拡散孔を介して成膜処理空間に導入されることになる。

【0015】 前記本発明の CVD 装置を用いた化学蒸着方法によれば、真空容器内で原料ガスを分解して基板上に薄膜を形成する構成において、真空容器内に隔壁部を設けることによって、材料ガスの活性種を生成する活性種生成空間と基板が配置される成膜処理空間とに真空容器が二分され、活性種生成空間で分解活性化され発生した活性種を含む材料ガスは、前記隔壁部に設けられている複数の貫通孔を介してのみ成膜処理空間に導入されると共に、原料ガスは原料ガス供給系から前記隔壁部の内部空間に供給され、当該内部空間及び前記複数の拡散孔を介してのみ成膜処理空間に導入される。

【0016】 そこで、本発明の化学蒸着方法及び装置によれば、活性種生成空間に配置されている発熱体が、シランガス等の原料ガスに晒されない構造が採用される。すなわち、隔壁部によって二分された活性種生成空間と成膜処理空間は、隔壁部に均等に設けられた貫通孔を通

してのつながっており、当該貫通孔を介しては、活性種生成空間で分解活性化されて発生した活性種を含む材料ガスが成膜処理空間側に導入されていくのみである。これを確実にするために、貫通孔の大きさ（長さ及び径など）及び各空間の圧力を、成膜処理空間へ導入された原料ガスが、貫通孔を通じて活性種生成空間側に逆拡散できないようなものとすれば、活性種生成空間に配置された発熱体がシランガス等の原料ガスに晒されないことをより確実にならしめることができる。

【0017】なお、前記本発明のCVD装置において、10 真空容器の活性種生成空間には、更に、水素、三フッ化窒素、フッ素、塩素、四フッ化メタン、六フッ化エタン、八フッ化プロパン、四塩化炭素、五フッ化塩化エタン、三フッ化塩素、三フッ化塩化メタン又は六フッ化硫黄のいずれか、又は少なくとも一種を含む混合ガスの供給系が接続されているように構成することができる。

【0018】このような構成のCVD装置とすれば、前述した本発明のCVD装置を用いた化学蒸着方法において、活性種と原料ガスとの化学反応により基板上に成膜を行う成膜工程を中断した際に、活性種生成空間に、前述した水素あるいはフッ素系及び／又は塩素系ガスを導入して前記発熱体によって分解活性化し、当該分解活性化によって発生した活性種を隔壁部の複数の貫通孔を介して成膜処理空間に導入し、成膜工程中に成膜処理空間の壁面や、成膜処理空間内の部材表面に付着していた膜の除去（すなわち、クリーニング）を行った後、活性種と原料ガスとの化学反応により基板上に成膜を行う成膜工程を再開することができる。

【0019】したがって、本発明の化学蒸着方法によれば、成膜処理空間において活性種と原料ガスとの化学反応により基板上に成膜を行う成膜工程と、当該成膜工程を中断し、前述した水素あるいはフッ素系及び／又は塩素系ガスの活性種による成膜処理空間の壁面や、成膜処理空間内の部材表面への付着膜を除去するクリーニング工程とを交互に行うことにより、真空容器内を大気に曝すことなく、ゴミ発生源となる成膜処理空間の壁面等に付着した膜を除去できるので、安定した膜特性を継続して得る上で有利となる。ここで、上記クリーニングにおいて、水素を活性種生成空間に導入して行うクリーニングは、シリコン膜の形成を行うCVD装置にのみ適用される。

#### 【0020】

【発明の実施の形態】以下に、本発明の好適な実施形態を添付図面に基づいて説明する。

【0021】図1を参照して本発明に係るCVD装置の一つの好ましい実施形態を説明する。

【0022】図1図示のCVD装置は、好ましくはシランガス、テトラエトキシシラン（TEOS）ガス等を原料ガスとして使用し、ガラス基板11の上面にシリコン膜を成膜するものである。

【0023】CVD装置の容器12は、成膜処理を行う際、排気機構13によってその内部が所望の真空状態に保持される真空容器である。排気機構13は真空容器12に形成された排気ポート12b-1に接続されている。

【0024】真空容器12の内部には、水平な状態で、耐熱性のある部材、例えば、ステンレス等で作られた隔壁部14が、ガラス基板11から約50mm程度離れた位置に設置されており、真空容器12の内部は、隔壁部14によって上下の2つの室に隔離されている。

【0025】つまり、上側の室は、発熱体10が配置された活性種生成空間15であり、下側の室は、ガラス基板11が配置されている成膜処理空間16である。

【0026】隔壁部14には、図1、図2図示のように、活性種生成空間15から隔離されかつ成膜処理空間16と複数の拡散孔26を介して通じている内部空間24が形成されている。

【0027】ここで、触媒CVD（Cat CVD）の特徴である発熱体10について説明する。

20 【0028】発熱体10は、真空容器12内の活性種生成空間15のほぼ中央に配置され、隔壁部14に近接した位置に、不図示の支持具を介して保持され、同じく不図示の加熱手段（例えば、ヒータ電源）に接続されている。

【0029】発熱体10としては、従来の触媒CVD（Cat CVD）と同様にタングステン線が使用されている。タングステン線は、例えば直径0.5mm程度の太さのものであり、約130cm程度の長さのものが内径約3mm程度のコイル状に形成されている。材質的には、タングステンの他、モリブデン、タンタル、チタン、白金、もしくは、バナジウムを使用することが可能である。尚、コイル状に形成するのは、活性種生成空間15内の限られた空間内で発熱体10の表面積を大きくして、材料ガス23aの分解活性化の効率を高めるためである。また、薄膜を形成させるガラス基板11の大きさに合わせて、さらに長いタングステン線を用い、上記のようにコイル状の部分を複数本繋げて、ガラス基板11と平行な面内に配置することもできる。発熱体10は、成膜時、約1000～2000℃に加熱される。

40 【0030】真空容器12の構造を説明する。真空容器12は、その組立て性を良好にする観点から、活性種生成空間15を形成する上容器12aと、成膜処理空間16を形成する下容器12bとから構成される。上容器12aと下容器12bを組み合わせて真空容器12を作るとき、両者の間の位置に隔壁部14が設けられる。隔壁部14と上容器12aとによって活性種生成空間15が形成され、隔壁部14と下容器12bとによって成膜処理空間16が形成される。

50 【0031】活性種生成空間15には、材料ガス供給源30aから材料ガス供給系が接続されている。材料ガス

供給系は、流量制御を行うマスフローコントローラ（図示せず）とバルブ29aを介して材料ガス供給源30aに接続されている材料ガス／クリーニングガス導入パイプ23によって構成することができる。こうして、活性種生成空間15に水素、窒素、ヘリウム、アンモニア、アルゴン、キセノン、もしくはクリプトン等の材料ガス23aが導入される。なお、導入された材料ガス23aを均一に拡散させるため、図1図示のような板状のガス拡散器19を設けてもかまわない。

【0032】真空容器12の内部は、隔壁部14によって活性種生成空間15と成膜処理空間16に隔離されるが、隔壁部14には複数の貫通孔25が内部空間24を貫通する状態で分散して形成されており、これらの貫通孔25を介してのみ活性種生成空間15と成膜処理空間16はつながっている。

【0033】成膜処理空間16には原料ガス供給系が接続されるが、図1図示の実施形態では、原料ガス供給系を構成する原料ガス導入パイプ28を隔壁部14内に形成されている内部空間24に側方から接続することによって、原料ガス供給系を隔壁部14の内部空間24、複数の拡散孔26を介して成膜処理空間16に接続する構成が採用されている。

【0034】隔壁部14の内部空間24は、下壁に形成されている複数の拡散孔26を介して、外部から供給された原料ガスを分散させ、成膜処理空間16に均一に供給するための空間である。

【0035】なお、隔壁部14の内部空間24の中には、原料ガスが拡散孔26から均一に成膜処理空間16へ供給されることを確実にしめるため、例えば、複数の孔27aを有するように穿孔された均一板27をほぼ水平に配置する構成にすることが望ましい。

【0036】図2に本発明のCVD装置における隔壁部14の拡大図を示す。図2では隔壁部14の一部が拡大して示され、貫通孔25と拡散孔26と均一板27の要部が拡大して示されている。

【0037】貫通孔25は、一例として、活性種生成空間15側が大きな径を有し、成膜処理空間16の側が絞られ、小さい径で作られている。この貫通孔25の絞られた部分の直径は、0.5mm～1.0mm程度である。また、拡散孔26の直径も0.5mm～1.0mm程度である。これら貫通孔25と拡散孔26とは、お互い10～20mm程度の間隔で隔壁部14に均等に設けられている。

【0038】なお、貫通孔25の形状、大きさは、前述したものに限られない。すなわち、成膜処理空間16へ導入された原料ガスが、貫通孔25を通じて活性種生成空間15側に逆拡散できないような形状・大きさ（長さ及び径など）を満たすものであればよい。ただし、このとき、活性種生成空間15の圧力の方が、成膜処理空間16の圧力より大きくなるように各空間の圧力調整がさ

れている必要のあることはいうまでもない。

【0039】図2図示のように、隔壁部14の内部空間24は、均一板27によって上下の2つの空間部分に分けられている。原料ガス導入パイプ28で内部空間24に導入される原料ガスは、上側の空間に導入され、均一板27の孔27aを通して下側の空間に至り、さらに拡散孔26を通して成膜処理空間16へ均一に拡散されることになる。

【0040】以上の構造に基づいて、成膜処理空間16の全体にわたって原料ガスを均一に供給することが可能となる。ただし、均一板27は常に必要とする形態ではない。

【0041】上記のように構成された本発明のCVD装置による成膜方法を説明する。

【0042】図示しない搬送ロボットによってガラス基板、例えば、300mm×400mmの大きさのガラス基板11が真空容器12の内部に搬入され、成膜処理空間16に設けられた基板保持機構17の上に配置される。この際に、ガラス基板11は隔壁部14に実質的に平行であって、その成膜面（上面）が隔壁部14の下面に対向するように配置される。真空容器12の内部は、排気機構13によって排気され、減圧されて所定の真空状態に保持される。

【0043】基板保持機構17の内部にはヒータ18が設けられており、このヒータ18によってガラス基板11の温度は所定の温度（例えば、280～300℃程度）に保持される。

【0044】次に、材料ガス／クリーニングガス導入パイプ23を通して、例えば、水素とアルゴンの混合ガスが真空容器12の活性種生成空間15にそれぞれ所定の流量で導入される。なお、材料ガス23aとしては、他に、窒素、ヘリウム、アンモニア、クリプトン、キセノンなどを採用することができ、それぞれの単一ガス、あるいはそれらの任意の混合ガスを用いる。

【0045】活性種生成空間15では、タングステン線が所定の温度、例えば、1700℃に加熱されており、ここを通過した水素及びアルゴンガスは分解活性化され、これによって発生した活性種を含む水素及びアルゴンガスが、貫通孔25を介してのみ成膜処理空間16に導入される。

【0046】一方、原料ガスである例えばシランガスが、原料ガス導入パイプ28を通して隔壁部14の内部空間24に所定の流量導入される。シランガスは、最初に内部空間24の上側部分に導入され、均一板27で均一化されて下側部分に拡散し、次に拡散孔26を通過して成膜処理空間16に直接に、すなわち活性種生成空間15に配置された発熱体10に接触することなく導入される。

【0047】こうして、加熱されたタングステン線によって分解活性化されて発生した活性種を含む水素及びア

ルゴンガスと、シランガスとが成膜処理空間16に導入され、これらによってガラス基板11上に成膜が行われる。

【0048】本発明の化学蒸着装置及び化学蒸着方法によれば、前記のように、真空状態に保持された真空容器12の活性種生成空間15内に供給された水素及びアルゴンガスは、タングステン線10による加熱によって分解活性化され、発生した活性種を含んで貫通孔25を介してのみ成膜処理空間16に導入され、一方、活性種生成空間15と隔離されている隔壁部14の内部空間24に供給されたシランガスは、拡散孔26を介してのみ成膜処理空間16へ導入される。このため、成膜処理空間16へ導入されたシランガスが活性種生成空間15側に逆拡散できないように、貫通孔25の形状・大きさ（長さ及び径など）を設定しておけば、シランガスが加熱されているタングステン線10に接触する可能性を確実になくすることができる。

【0049】この実施例のCVD装置によって酸化物の薄膜を作製する場合は、シランと同様に酸素を真空容器の成膜処理空間16に導入させる。これにより、酸素が発熱体10に触れることを防止でき、発熱体のタングステン線が酸素と反応して劣化が進むことはなくなる。このとき、隔壁部14にシランと酸素を同時に導入すると、隔壁部14内部で反応が起こってしまうため、これを防止するよう、隔壁部14内部に導入するシランとは別に、真空容器の成膜処理空間16に新たにバルブ、マスフローコントローラ等を具備した酸素導入パイプ（図示せず）を接続させる。

【0050】以上説明したように、この発明のCVD装置を用い、前述した本発明の化学蒸着方法による成膜を繰り返すと、成膜処理空間16を構成する下容器12bの内壁や、基板11以外の成膜処理空間16内部の構成部材にも成膜中に膜が付着する。付着した膜は厚くなると剥離してゴミの原因となる。また、基板上の膜中に取り込まれたり、膜表面に付着したゴミは、デバイスの欠陥原因となり製品歩留まりを低下させてしまう。

【0051】そのため、基板上への膜堆積を連続して繰り返し行う途中で、付着膜が剥離する前に適宜なタイミングで、例えば、以下のようにして、成膜処理空間16内部に付着した膜を除去（クリーニング）する必要がある。なお、付着膜の膜厚は不図示の光学式モニタ等で監視してもよいし、また、トータルの堆積時間から見積もるようにしてもよい。

【0052】クリーニングは、まず、真空容器12内を排気機構13によって真空排気し、その後、発熱体10を2000℃以上の所定の温度（例えば、2500℃）に加熱・保持する。

【0053】次に、材料ガス供給源30aと分岐するクリーニングガス供給源30bから、マスフローコントローラ（不図示）とバルブ29bと、材料ガス／クリーニ

ングガス導入パイプ23とを介して活性種生成空間15にクリーニングガスを導入し、真空容器12内の圧力を所定の圧力（例えば、40Pa程度）に設定する。

【0054】活性種生成空間15に導入されたクリーニングガスは、2000℃以上に加熱、保持されている発熱体10により、効率的に分解及び／又は活性化され、付着膜と反応性の高い活性種が生成される。

【0055】この活性種は、隔壁部14の貫通孔25を介して成膜処理空間16内に導入され、成膜処理空間16を構成する下容器12bの内壁や、基板11以外の成膜処理空間16内部の構成部材に付着している膜と反応し、これを気体状物質に変換させる。気体状物質は排気機構13により外部に排出されるため、付着膜は徐々に除去されることになる。

【0056】所定時間（例えば、10分間程度）この状態を保ち、付着膜が完全に除去された後、クリーニングガスの供給を停止し、真空容器12内を真空排気して、その後、発熱体10による加熱を停止する（この時点まで、2000℃以上での加熱状態を維持しておく）。

【0057】以上で、クリーニング工程を終了し、前述した本発明の化学蒸着方法による成膜を再開する。

【0058】なお、このクリーニング工程で重要なことは、クリーニングガスを導入する際、発熱体10の温度を2000℃以上に維持した状態にすることである。これはクリーニングガスを導入した後に発熱体10を加熱すると、発熱体10が2000℃以上になるまでの間に発熱体10とクリーニングガスとが反応して、線径等が減少してしまうからである。また、クリーニング終了時において、発熱体10の加熱を停止する場合も同様であり、クリーニングガスを排気した後に発熱体10の温度を下げる必要がある。

【0059】すなわち、発熱体10を2000℃より低い温度で反応性ガス（クリーニングガス）と接触させないプロセスとする必要がある。

【0060】以上で説明したこの発明のCVD装置において採用可能なクリーニング方法は、真空容器内にクリーニングガスを導入して発熱体からの熱エネルギーの作用によりクリーニングガスの活性種を生成し、生成されたクリーニングガスの活性種と付着膜とを反応させ、付着膜を気体状の生成物にして排気除去する方法（いわゆるin situクリーニング法）である。これによれば、真空容器内を大気に曝さずにクリーニングできることから、安定した膜特性を継続して得ることができると共に、部材交換や、（真空容器内を大気圧から所定の圧力まで排気する必要がないため）クリーニング工程に要する時間を短縮でき、更に、細部に付着した膜も除去できるので、ゴミの発生を抑える上で有利である。

【0061】更に、発熱体を2000℃以上の高温に加熱し、当該高温の状態を維持してクリーニング工程を行うことにより、発熱体とクリーニングガスとの反応に伴

う発熱体の消耗を事実上無視できる程度に抑制することができ、しかも、2000℃以上とすることで、クリーニングガスの分解及び／又は活性化させての活性種の生成を効率よく行え、成膜処理空間内部に付着した膜を効果的に除去することができる。また、このようにして得られた活性種の寿命は長く、複雑な形状の部材に付着した膜も容易に除去することができる。

【0062】なお、前記のクリーニング工程において、クリーニングガスは、付着膜の種類、処理条件、真空容器の材質等により、適宜選択されるが、特にフッ素系ガス、塩素系ガスが好適に用いられ、この中でも三フッ化窒素( $\text{NF}_3$ )、フッ素( $\text{F}_2$ )、塩素( $\text{Cl}_2$ )、四フッ化メタン( $\text{CF}_4$ )、六フッ化エタン( $\text{C}_2\text{F}_6$ )、八フッ化プロパン( $\text{C}_3\text{F}_8$ )、四塩化炭素( $\text{CCl}_4$ )、五フッ化塩化エタン( $\text{C}_2\text{ClF}_5$ )、三フッ化塩素( $\text{ClF}_3$ )、三フッ化塩化メタン( $\text{CClF}_3$ )又は六フッ化硫黄( $\text{SF}_6$ )のいずれか、又は少なくとも一種を含む混合ガスを用いるのがより好ましい。これらのガスは100%として用いても、また、例えば、Ar、He等のガスで希釈したものあるいはこれらの混合ガスとして用いてもよい。

【0063】さらに、シリコン膜の形成を行うCVD装置では、高価かつ環境問題のある上記フッ素系及び／又は塩素系のクリーニングガスの代わりに、水素をクリーニングガスとして用いることができる。この場合、発熱体は、2000℃以下であっても水素と反応することはないので、上記本発明の実施形態で説明したような、クリーニング工程における発熱体の2000℃以上での維持の必要はない。

【0064】以上、添付図面を参照して本発明の好ましい実施形態を説明したが、本発明はかかる実施形態に限定されるものではなく、特許請求の範囲の記載から把握される技術的範囲において種々の形態に変更可能である。

#### 【0065】

【発明の効果】以上の説明で明らかなように、本発明のHot Wire型の化学蒸着装置によれば、発熱体が原料ガスと接触することが無いため、発熱体の劣化が引き起こす成膜性能の不安定さ、及び発熱体の交換等のメンテナンス作業による稼働時間の減少等を避けることができ、膜質の再現性が良く、しかも量産に適した化学蒸着装置を提供することができる。

【0066】また、酸化物系の薄膜を作製したい場合には、発熱体の酸化による劣化を防止した上でプロセスの応用性を拡大することができる。

【0067】しかも、真空容器を活性種生成空間と成膜処理空間に二分する隔壁部が、発熱体からガラス基板に発せられる輻射熱を遮断するため、成膜条件の重要な因

子である基板温度を、基板面積の大型化にかかわらず正確に、かつ容易に制御することが可能であり、プロセスが安定する。

【0068】更に本発明の化学蒸着方法及びCVD装置によれば、成膜処理空間において活性種と原料ガスとの化学反応により基板上に成膜を行う成膜工程と、当該成膜工程を中断し、フッ素系及び／又は塩素系ガスの活性種による成膜処理空間の壁面や、成膜処理空間内の部材表面への付着膜を除去するクリーニング工程とを交互に行うことにより、真空容器内を大気に曝すことなく、ゴミ発生源となる成膜処理空間の壁面等に付着した膜を除去でき、安定した膜特性を継続して得ることが可能になる。

#### 【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の実施形態の構成を示す縦断面図である。

【図2】隔壁部に形成された各種の孔の拡大断面図である。

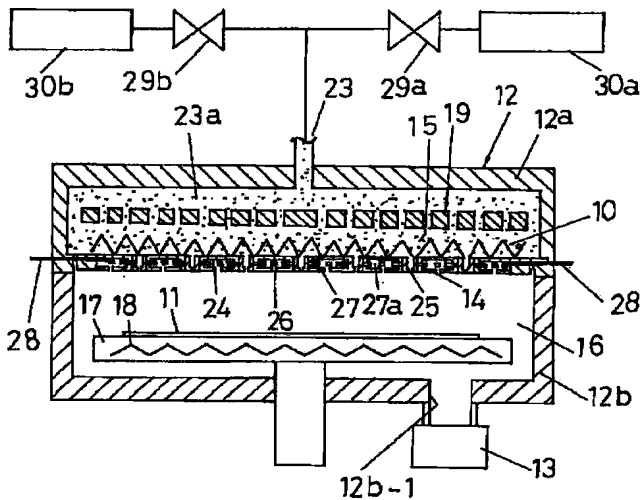
【図3】従来型のHot Wire型CVD装置の構成を示す縦断面図である。

#### 【符号の説明】

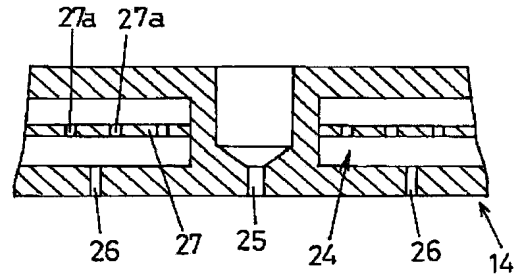
|         |                    |
|---------|--------------------|
| 10      | 発熱体                |
| 11      | ガラス基板              |
| 12      | 真空容器               |
| 12a     | 上容器                |
| 12b     | 下容器                |
| 12b-1   | 排気ポート              |
| 13      | 排気機構               |
| 14      | 隔壁部                |
| 15      | 活性種生成空間            |
| 16      | 成膜処理空間             |
| 17      | 基板保持機構             |
| 18      | ヒータ                |
| 19      | ガス拡散器              |
| 21      | 原料ガス               |
| 22      | 活性種                |
| 23      | 材料ガス／クリーニングガス導入パイプ |
| 23a     | 材料ガス               |
| 24      | 内部空間               |
| 25      | 貫通孔                |
| 26      | 拡散孔                |
| 27      | 均一板                |
| 27a     | 均一板の孔              |
| 28      | 原料ガス導入パイプ          |
| 29a、29b | バルブ                |
| 30a     | 材料ガス供給源            |
| 30b     | クリーニングガス供給源        |



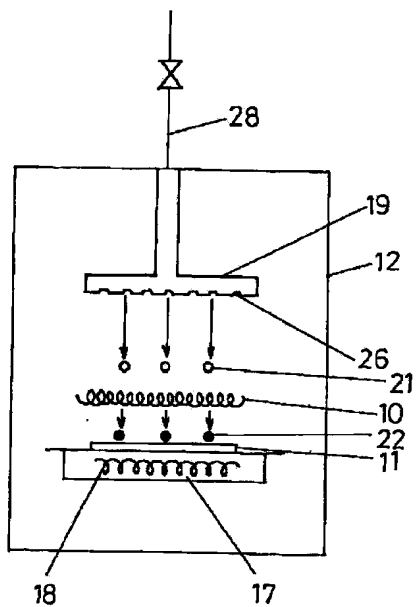
【図1】



【図2】



【図3】



## 【手続補正書】

【提出日】平成13年4月6日(2001.4.6)

## 【手続補正1】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】請求項5

【補正方法】変更

【補正内容】

【請求項5】 隔壁部は、前記活性種生成空間から隔離されかつ前記成膜処理空間と複数の拡散孔を介して通じている内部空間を有し、前記原料ガス供給系は、当該隔壁部の内部空間及び複数の拡散孔を介して前記成膜処理空間に接続されていることを特徴とする請求項4記載の化学蒸着装置。

フロントページの続き

(72)発明者 石橋 啓次  
東京都府中市四谷 5-8-1 アネルバ株  
式会社内  
(72)発明者 本田 七美子  
東京都府中市四谷 5-8-1 アネルバ株  
式会社内

F ターム(参考) 5F004 AA15 BA19 BB32 BC03 BD04  
DA00 DA01 DA02 DA03 DA04  
DA05 DA07 DA08 DA18 DA24  
5F045 AB02 AC01 AC07 AC11 AC12  
AC15 AC16 AC17 BB08 DP03  
EB06 EE07 EE13 EF05 EK06